



(11) Numéro du brevet d'invention: **88 748**

(12)

BREVET D'INVENTION

(45) Date de délivrance du brevet d'invention: **04.10.1996**

(51) Int. Cl.: **B32B17/06, C03C17/36**

(22) Date de dépôt: **24.04.1996**

(54) Substrat portant un revêtement à haute transmission lumineuse, à faible facteur solaire et possédant un aspect neutre en réflexion.

(30) Priorité: **27.04.1995 GB 95 08 543.7**

(73) Titulaire: **GLAVERBEL
Chaussée de la Hulpe 166
B-1170 Bruxelles (BE)**

(72) Inventeur: **VANDIEST Karel
Notelarenlaan 5
B-1600 Sint-Pieters-Leeuw (BE)**

**DEPAUW Jean-Michel
rue Eugène Toussaint 8
B-1090 Bruxelles (BE)**

(74) Mandataire: **Freylinger, Ernest T., A. Schmitt, P. Kihn, J. Beissel
c/o Office de Brevets Ernest T. Freylinger
321, route d'Arlon
Boîte Postale 48
L-8001 Strassen (LU)**

REVENDEICATION DE LA PRIORITE
de la demande de brevet

En Grande-Bretagne

Du 27 avril 1995

No. 95 08 543.7

Mémoire Descriptif

déposé à l'appui d'une demande de

BREVET D'INVENTION

au

Luxembourg

au nom de : GLAVERBEL
Chaussée de la Hulpe, 166
B-1170 Bruxelles

pour : "Substrat portant un revêtement à haute transmission lumineuse, à faible facteur solaire et possédant un aspect neutre en réflexion"

**Substrat portant un revêtement à haute transmission lumineuse,
à faible facteur solaire et possédant un aspect neutre en réflexion**

La présente invention se rapporte à un substrat portant un revêtement, en particulier à un substrat revêtu possédant une haute transmission lumineuse, un faible facteur solaire et un aspect neutre en réflexion.

Des substrats portant un revêtement trouvent leur emploi dans différents domaines pour différents usages. Ainsi, par exemple, du verre portant un revêtement est utilisé dans des vitrages à faible émissivité ou de protection solaire, destinés à des bâtiments et des véhicules.

Afin de conférer les propriétés spécifiques souhaitées au substrat revêtu, le revêtement peut inclure différentes couches dont chacune d'entre elles satisfait à des exigences particulières du revêtement. Les constituants des couches et leurs épaisseurs sont habituellement définis précisément pour assurer l'obtention des exigences spécifiques du substrat revêtu dans son ensemble.

Le brevet américain 4 985 312 décrit une feuille de verre portant un revêtement multi-couches lui conférant des propriétés de réflexion de la chaleur. Une couche de base d'oxyde d'indium/étain ou d'AlN est déposée sur la feuille, suivie en alternance par des couches réfléchissant la chaleur d'argent ou de cuivre d'une épaisseur de 40 à 200 Å (4 à 20 nm), des couches écran de zinc métallique d'une épaisseur de 20 à 200 Å, et des couches de protection de la même matière que la couche de base.

EP-B1-0 277 228 décrit un panneau de verre transmettant la lumière dans le spectre visible tout en arrêtant le rayonnement solaire en dehors de ce spectre. Ce panneau comprend un substrat en verre portant, séquentiellement depuis le substrat, un empilement de couches de revêtement comprenant une première couche de matière diélectrique, une seconde couche de matière réfléchissante, des troisième et quatrième couches de matière diélectrique, une cinquième couche de matière réfléchissante et une sixième couche de matière diélectrique, grâce auxquelles la transmission lumineuse sous illuminant A du panneau est d'au moins 70% et son facteur solaire total est inférieur à 55%.

WO 90/05 439 décrit de la même manière des vitrages transparents possédant des empilements de couches transparents destinées à réduire la

transmission solaire et augmenter la réflexion solaire de ces vitrages. Les couches comprennent des composants conducteurs de l'électricité qui permettent si on le désire le chauffage des vitrages. Dans son aspect le plus large l'empilement revendiqué comprend au moins deux couches de 80 à 180 Å d'argent métallique interposées entre des couches de matière diélectrique et une couche protectrice transparente, grâce auxquelles le vitrage présente une transmission lumineuse sous illuminant A d'au moins 70%, une réflexion sous illuminant C ne dépassant pas 12,5%, une réflexion solaire totale d'au moins 29% et une transmission solaire totale ne dépassant pas 42%. Les couches diélectriques situées à l'extérieur des couches d'argent ont de 200 à 500 Å d'épaisseur et celles situées entre les couches d'argent ont de 400 à 1500 Å d'épaisseur.

La présente invention se rapporte à des composants spécifiques et à des gammes d'épaisseurs de couches particulièrement choisies, utilisées dans un empilement de couches destiné à conférer la combinaison voulue d'une haute transmission lumineuse, d'un faible facteur solaire et d'un aspect neutre en réflexion à un substrat revêtu d'un tel empilement.

Pour des substrats revêtus destinés à être utilisés dans des fenêtres de bâtiments ou de véhicules, il est souhaitable que le produit dont le substrat revêtu fait partie ne transmette pas une proportion trop grande du rayonnement solaire incident total, afin que l'intérieur du bâtiment ou du véhicule ne soit pas surchauffé par temps ensoleillé. La transmission du rayonnement solaire incident total peut être exprimée en terme de "facteur solaire" (F_s dans la présente description). Telle qu'elle est utilisée dans la présente description, l'expression "facteur solaire" désigne la somme de l'énergie solaire transmise directement à travers le vitrage et de celle qui est absorbée par celui-ci et re-rayonnée par la face opposée à la source énergétique. Cette somme est une fraction du rayonnement énergétique incident total sur le substrat revêtu. Les données relatives au facteur solaire reprises ici sont mesurées d'après le Document n° 20 de 1972 de la CIE (Commission Internationale de l'Eclairage).

La demande de brevet international WO 93/19 936 (CARDINAL I G COMPANY) décrit un revêtement pour substrat transparent qui présente une couleur neutre en transmission, sous une gamme étendue d'angles d'incidence de la lumière. Le revêtement comprend une couche de base adjacente au substrat transparent ayant une épaisseur ne dépassant pas environ 27,5 nm et éventuellement deux couches métalliques réfléchissantes séparées par une couche intermédiaire anti-réfléchissante d'oxyde métallique et surmontées d'une couche externe anti-réfléchissante d'oxyde métallique placée au-dessus de la deuxième couche métallique réfléchissante. Un tel substrat revêtu de la sorte

possède une transmission lumineuse de 60% seulement et une forte coloration bleue en réflexion. Or, il est souhaitable qu'un substrat revêtu offre une transmission élevée de la lumière visible de sorte que les occupants d'un bâtiment équipé de vitrages constitués desdits substrats revêtus puissent par exemple
5 regarder à l'extérieur et que suffisamment de lumière pénètre dans le bâtiment pour permettre aux occupants d'y travailler sans utilisation excessive de lumière artificielle. Tel qu'il est utilisé dans la présente description, le terme "transmission lumineuse" (TLC ci-après) désigne le pourcentage du flux lumineux incident émis par l'illuminant C standard (CIE) transmis au travers du substrat revêtu.

10 Des produits de protection solaire disponibles commercialement sont des feuilles de verre portant un revêtement à une ou plusieurs couche(s).

Il est souhaitable que les substrats revêtus soient substantiellement neutres en réflexion depuis la face opposée au revêtement (la face "opposée" dans la présente description), c'est-à-dire que la pureté de couleur réfléchie soit
15 faible. On a trouvé qu'une faible pureté de couleur est particulièrement difficile à obtenir simultanément avec un faible facteur solaire et une transmission lumineuse élevée. La pureté d'une couleur est établie selon une échelle linéaire dans laquelle une source définie de lumière blanche a une pureté de 0% et la couleur pure une pureté de 100%. Le terme "pureté de couleur" utilisé ci-dessous
20 signifie la pureté d'excitation mesurée au moyen de l'illuminant C tel que défini dans le Vocabulaire International de l'Eclairage, publié par la Commission Internationale de l'Eclairage (CIE), 1987, pages 87 et 89. La "pureté de couleur" est mesurée depuis la face opposée du produit.

Avec des substrats revêtus selon les techniques antérieures, la
25 longueur d'onde dominante (λ_D) en réflexion et la pureté de couleur tendent à varier selon l'angle sous lequel on les regarde et en particulier présentent un aspect rose lorsqu'ils sont observés sous un angle de 45° sur la surface opposée.

On a découvert que cet objectif peut être atteint et d'autres avantages obtenus, grâce à un substrat portant un revêtement multi-couches
30 dans lequel les couches sont constituées de matières spécifiques et sont présentes dans des limites d'épaisseurs particulières.

Dès lors, la présente invention se rapporte à un substrat portant un revêtement à haute transmission lumineuse, à faible facteur solaire et possédant un aspect neutre en réflexion, caractérisé en ce qu'il comporte une surface
35 portant les différentes couches du revêtement dans l'ordre suivant:

(i) une première couche de matière diélectrique transparente non absorbante adjacente au substrat et possédant une épaisseur optique comprise entre 60 et 75 nm;

- (ii) une première couche d'argent ou d'alliage d'argent possédant une épaisseur géométrique comprise entre 9 et 11 nm;
 - (iii) une deuxième couche de matière diélectrique transparente non absorbante ayant une épaisseur optique comprise entre 135 et 170 nm;
 - 5 (iv) une seconde couche d'argent ou d'alliage d'argent ayant une épaisseur géométrique comprise entre 12 et 15 nm;
 - (v) une troisième couche de matière diélectrique transparente non absorbante ayant une épaisseur optique comprise entre 45 et 65 nm,
- telles que le substrat revêtu présente les propriétés suivantes;
- 10 une transmission lumineuse sous Illuminant C supérieure à 70%, de préférence d'au moins 75%;
 - un facteur solaire inférieur à 47%, de préférence inférieur à 46%, plus préférablement encore inférieur à 45% et
 - une pureté de couleur en réflexion normale à la surface opposée inférieure à
 - 15 12%, de préférence inférieure à 10%, plus préférablement encore inférieure à 9%.

Les propriétés citées du substrat revêtu sont considérées sur base d'une feuille unique de verre clair sodo-calcique ordinaire de 6 mm d'épaisseur observée depuis la face opposée à la face revêtue, c'est-à-dire depuis le côté


20 verre. Il faut noter à ce sujet que la face opposée ne portera habituellement pas de revêtement.

La relation entre les épaisseurs des différentes couches de matière non absorbante et les propriétés optiques du substrat revêtu n'est pas comprise intégralement, mais il est clair que l'épaisseur de ces couches est déterminante

25 dans cette relation.

Dans une forme préférée de réalisation de la présente invention, les couches présentent les épaisseurs suivantes:

- (i) la première couche de matière diélectrique transparente non absorbante adjacente au substrat a une épaisseur optique comprise entre 63 et 72 nm;
- 30 (ii) la première couche d'argent ou d'alliage d'argent a une épaisseur géométrique comprise entre 9,5 et 10,5 nm;
- (iii) la deuxième couche de matière diélectrique transparente non absorbante a une épaisseur optique comprise entre 144 et 160 nm;
- (iv) la seconde couche d'argent ou d'alliage d'argent a une épaisseur
- 35 géométrique comprise entre 13 et 14 nm;
- (v) la troisième couche de matière diélectrique transparente non absorbante a une épaisseur optique comprise entre 50 et 58 nm.




Avec la disposition et les épaisseurs des couches de revêtement définies et revendiquées ici, le substrat revêtu offre une haute transmission lumineuse, un faible facteur solaire et une couleur neutre en réflexion sur la face opposée. De plus, la stabilité de couleur du produit est élevée. Ceci signifie que
5 dans le cas d'une variation limitée de l'épaisseur d'une des couches (due par exemple à un manque d'uniformité d'épaisseur entre un point du substrat et un autre), il n'y a pas de variation significative de couleur et que la couleur reste proche du neutre lorsque l'angle d'observation tend vers la normale à la face opposée.

10 D'autre part, le substrat revêtu selon l'invention présente en réflexion lorsqu'il est observé depuis la face opposée une couleur esthétiquement agréable, qui n'est ni jaune ni rose. Ceci est particulièrement remarquable étant donné que même lorsque la pureté de la réflexion est faible, une teinte jaune ou rose est nettement visible. La couleur du produit selon l'invention demeure
15 esthétiquement agréable même lorsqu'elle est regardée obliquement sur la surface, c'est-à-dire que la couleur réfléchie ne devient ni jaune ni rose lorsque l'angle d'observation décroît. Ceci est un facteur très important lorsqu'on considère des vitrages incorporés dans un bâtiment de grande taille. En fait l'angle d'observation de la façade d'un bâtiment, par exemple, est différente
20 lorsqu'un observateur stationnaire regarde le rez-de-chaussée, un étage intermédiaire, et l'étage supérieur du bâtiment. Il est important que si les vitrages du rez-de-chaussée apparaissent bleu-vert, ceux d'un étage intermédiaire n'apparaissent pas rose. De même, si l'observateur vient à se déplacer, l'angle d'observation changera mais la couleur devra rester dans les normes préférées
25 d'esthétique.

D'autre part, la disposition particulière des couches permet d'obtenir une faible réflexion lumineuse (R_L ci-dessous) proche de la réflexion lumineuse obtenue pour un substrat non revêtu.

30 Dans les substrats revêtus selon l'invention, la nature et les épaisseurs des couches de revêtement peuvent être telles que la transmission énergétique directe T_{ED} (définie comme la fraction de l'énergie solaire qui est transmise au travers du substrat revêtu sans changement de longueur d'onde) est de préférence comprise entre 34 et 40%, avantageusement entre 36 et 39%.

35 La nature et les épaisseurs des couches de revêtement peuvent être telles que la pureté de couleur reste neutre lorsque l'angle d'observation change, en particulier telles que le substrat revêtu présente sous un angle de 45° sur la face opposée une pureté de couleur en réflexion inférieure à 9%, de préférence inférieure à 6%.




Sous un angle de 60° sur la face opposée (conventionnellement la normale à la surface est considérée comme 0°), la pureté de couleur réfléchie est de préférence inférieure à 1%.

Lorsque le substrat revêtu est un vitrage simple constitué d'une
5 feuille unique de verre clair de 6 mm d'épaisseur, la transmission lumineuse TLC est de préférence comprise entre 70 et 81%, avantageusement entre 75 et 79%, le facteur solaire est de préférence compris entre 41 et 46% et la réflexion lumineuse R_L est de préférence inférieure à 8%. La couleur en réflexion sur la face opposée est neutre avec une pureté de préférence inférieure à 10%,
10 avantageusement inférieure à 9%. La longueur d'onde dominante de la réflexion est de préférence comprise entre 485 et 505 nm. Au-dessus de cette gamme, on observe une couleur jaune, en-dessous de cette gamme, on observe une couleur rose lorsque l'angle d'observation varie. Lorsque la pureté de couleur en réflexion normale à la face opposée est au moins de 3%, il est plus facile d'éviter que la
15 couleur tende vers le rose lorsque l'angle d'observation varie depuis la normale, en particulier si la longueur d'onde dominante est à la limite inférieure de la gamme préférée. En fait, lorsque la pureté de couleur est de l'ordre de 1-2% et la longueur d'onde dominante est inférieure à 495 nm, la couleur tend effectivement vers le rose lorsque l'angle d'observation varie depuis la normale, et
20 ceci est particulièrement perceptible par l'oeil, malgré la pureté très basse.

Les couches métalliques comprennent de l'argent ou un alliage d'argent, comme par exemple des alliages de l'argent avec le platine ou le palladium.

Le substrat revêtu selon l'invention peut en outre comporter une
25 couche de matière sacrificielle disposée au-dessus (c'est-à-dire déposée ultérieurement) et au contact de chaque couche métallique. Le but de la couche de matière sacrificielle est de protéger l'argent ou l'alliage d'argent pendant le dépôt de la couche non absorbante suivante.

Les couches de revêtement sont de préférence déposées par
30 pulvérisation cathodique. Pour des motifs liés au processus de pulvérisation cathodique, chaque couche métallique est déposée avec une mince couche de métal sacrificiel (une couche "écran") qui est converti en oxyde pendant le processus de revêtement. Ce métal sacrificiel est de préférence du titane, quoique du zinc, du cuivre, un alliage nickel/chrome ou de l'aluminium puissent en
35 variante être utilisés. Une couche écran similaire peut si on le désire être disposée en-dessous de chaque couche métallique. La matière sacrificielle est de préférence substantiellement totalement oxydée, puisque la matière non oxydée peut avoir pour effet de réduire la transmission lumineuse. La matière sacrificielle



s'oxyde pendant le dépôt de la couche suivante, lorsque celle-ci est déposée dans une atmosphère réactive (par exemple O_2). Le terme "matière sacrificielle" est utilisé ici pour embrasser non seulement le métal sacrificiel tel qu'il est déposé sur les couches d'argent ou d'alliage d'argent, mais aussi l'oxyde ou le sous-oxyde en lequel ce métal sacrificiel est converti pendant le processus ultérieur. Quoique ces couches sacrificielles constituent une protection de la couche d'argent contre l'oxydation, en améliorant sa durabilité chimique, l'augmentation de leur épaisseur réduit la transmission lumineuse des produits. Les épaisseurs des couches de matière sacrificielle, lorsqu'elles sont présentes, sont dès lors critiques pour la présente invention.

De préférence, une première couche de matière sacrificielle (ii) ayant une épaisseur géométrique comprise entre 2,5 et 5 nm est disposée entre la première couche métallique (i) et la deuxième couche non absorbante (iii), et une seconde couche de matière sacrificielle (iva) ayant une épaisseur géométrique comprise entre 3 et 6 nm est disposée entre la seconde couche métallique (iv) et la troisième couche non absorbante (v).

Si la couche suivante de matière non absorbante est constituée d'un nitrure (par exemple Si_3N_4) plutôt que d'un oxyde, elle est déposée dans une atmosphère d'azote. Dans ce cas, on ne doit pas prévoir une couche de matière sacrificielle au-dessus de la couche d'argent ou d'alliage d'argent.

Les couches de revêtement peuvent être complétées par une couche de protection, telle qu'une couche mince (3 nm géométriques) de SiO_2 , qui ne modifie pas de manière significative les propriétés optiques du produit (voir la demande de brevet britannique n° 94 17 112.1 déposée le 24 août 1994 - Glaverbel). Sinon, la troisième couche non absorbante sera habituellement exposée.

De préférence, la couche complémentaire mince de protection exposée est choisie parmi des oxydes, des nitrures et des oxynitrures de silicium. Cette couche procure au substrat revêtu une durabilité chimique et/ou mécanique améliorée, tout en minimisant les changements qui découlent de ses propriétés optiques. Avantagusement, ladite couche complémentaire de protection exposée est constituée de SiO_2 , de préférence d'une épaisseur géométrique comprise entre 2 et 5 nm.

Particulièrement lorsque l'épaisseur de la couche de protection est faible, l'effet de celle-ci sur les propriétés optiques du produit sera minime.

Les produits selon l'invention peuvent être incorporés notamment dans des vitrages simples ou multiples de bâtiments, spécialement dans des

double vitrages, et également dans des vitrages feuilletés comme des parebrises de véhicules.


Un vitrage multiple peut comporter au moins deux feuilles de matière vitreuse transparente disposées de part et d'autre d'un volume gazeux intermédiaire délimité par un espaceur s'étendant périphériquement, dans lequel
5 au moins une des feuilles porte un revêtement selon l'invention sur sa face dirigée vers le volume gazeux.

Un vitrage feuilleté peut comporter au moins deux feuilles de matière vitreuse transparente assujetties l'une à l'autre au moyen d'un film intermédiaire de matière adhésive polymère, dans lequel au moins une des
10 feuilles porte un revêtement selon l'invention sur sa face dirigée vers la matière polymère.

Dans les formes préférées de réalisation de l'invention dans lesquelles le substrat revêtu est incorporé dans un double vitrage constitué de
15 deux feuilles de verre clair de 6 mm d'épaisseur, avec un espace intermédiaire de 15 mm rempli d'argon, la TLC du vitrage est comprise entre 62 et 72%, avantageusement entre 66 et 70%, son F_S est compris entre 34 et 40%, avantageusement entre 36 et 39%, sa pureté de couleur en réflexion normale à la face opposée est inférieure à 8%, avantageusement inférieure à 7% et sa
20 réflexion lumineuse est inférieure à 12%. Pour déterminer les propriétés de telles formes de réalisation, le vitrage est considéré comme étant installé avec le revêtement en position "2", (la face opposée étant en position "1"), c'est-à-dire que la feuille revêtue est disposée vers l'extérieur avec sa face revêtue orientée vers l'espace gazeux interne du double vitrage.

25 Les couches non absorbantes peuvent être constituées d'une matière non absorbante unique telle que de l'oxyde de zinc, de l'oxyde de titane ou du nitrure de silicium, d'un mélange ou d'un complexe de matières non absorbantes telles que Zn_2SnO_4 ou de plusieurs sous-couches successives.

Le terme "matière non absorbante" tel qu'il est utilisé dans la présente description décrit des matières possédant un "indice de réfraction" $n(\lambda)$
30 supérieur, de préférence substantiellement, à la valeur de l'"indice d'absorption spectrale" $k(\lambda)$ à travers tout le spectre visible (380 à 780 nm). Des définitions de l'indice de réfraction et de l'indice d'absorption spectrale peuvent être trouvées dans le Vocabulaire International de l'Eclairage, publié par la Commission
35 Internationale de l'Eclairage (CIE), 1987, pages 127, 138 et 139. En particulier, on a trouvé avantageux de choisir une matière dont l'indice de réfraction $n(\lambda)$ est supérieur à dix fois l'indice d'absorption spectrale $k(\lambda)$ sur une gamme de longueurs d'onde de 380 à 780 nm. De préférence, la matière des couches non




absorbantes est choisie parmi le nitrure d'aluminium, le nitrure de silicium, l'oxyde stannique, l'oxyde de zinc, l'oxyde de zirconium et leurs mélanges. Il faut noter que le nitrure de silicium est déposé au moyen d'une cathode de silicium dopé, par exemple, avec de l'aluminium, du nickel, du bore, du phosphore et/ou
5 de l'étain afin de faciliter le processus de dépôt. Il en résulte que ces éléments dopants peuvent être présents dans la couche de matière non absorbante. De préférence la matière non absorbante a un indice de réfraction, mesuré à 550 nm, compris entre 1,85 et 2,2, avantageusement entre 1,9 et 2,1. L'oxyde de zinc est une matière particulièrement préférée en raison de sa vitesse élevée de dépôt,
10 de son indice de réfraction bien adapté au but de l'invention et de son effet avantageux sur la passivation de la couche d'argent, mais en raison de sa porosité relativement élevée dans des couches épaisses et de sa faible résistance chimique, on préfère séparer la couche d'oxyde de zinc en deux ou plusieurs couches par une autre matière, disposée entre elles, telle que de l'oxyde
15 stannique par exemple. Dès lors, une ou plusieurs desdites couches de matière non absorbante est/sont une/des couche(s) composite(s), c'est-à-dire contenant deux ou plusieurs matières non absorbantes déposées simultanément et/ou successivement. Avantageusement, une ou plusieurs desdites couches de matière non absorbante est/sont formée(s) d'oxyde de zinc et d'oxyde stannique alternés,
20 comme par exemple $ZnO/SnO_2/ZnO$ ou $ZnO/SnO_2/ZnO/SnO_2/ZnO$...etc.

Dans certaines formes de réalisation telles que celles destinées dans le domaine des fenêtres de véhicules, par exemple des parebrises feuilletés, le nitrure de silicium (Si_3N_4) est particulièrement préféré en tant que matière non absorbante, spécialement en raison de sa durabilité chimique. Dans ce cas, une
25 couche de matière sacrificielle n'est pas réellement avantageuse et dès lors pas implicitement nécessaire, entre la couche d'argent et la couche non absorbante déposée sur cette dernière. Il faut noter que, dans la couche non absorbante d'oxyde métallique ou de nitrure, il n'est pas essentiel que le métal et l'oxygène ou l'azote soient présents en proportions stoechiométriques.

30 D'autres couches peuvent encore être utilisées, mais on a trouvé qu'elles peuvent avoir pour effet de réduire la transmission lumineuse. Seulement deux ou trois couches de métal sont de ce fait préférées.

Le substrat est de préférence une feuille de matière vitreuse, telle que du verre ou toute autre matière rigide transparente.

35 De préférence, le substrat est constitué de verre clair, quoique l'invention s'étend à l'utilisation d'un substrat en verre coloré, puisque le revêtement selon l'invention ne modifie pas de manière significative la couleur propre du substrat.



Le procédé pour former les produits selon l'invention peut être mis en oeuvre par introduction du substrat dans une enceinte de traitement contenant une source magnétron de pulvérisation cathodique, pourvue d'obturations d'entrée et de sortie de gaz, d'un convoyeur de substrat, de sources d'alimentation, de conduits d'entrée de gaz de pulvérisation et d'un conduit de sortie. Le substrat est déplacé sous la source de pulvérisation activée et pulvérisé à froid sous une atmosphère appropriée (oxygène gazeux dans le cas d'un revêtement d'oxyde) pour former la couche souhaitée sur le substrat. Cette opération est répétée pour chaque couche du revêtement.

10 **EXEMPLE 1.**

On introduit une feuille de verre dans une enceinte de traitement contenant plusieurs sources magnétron planes de pulvérisation, pourvue d'obturations d'admission de gaz, d'un convoyeur de substrat, de sources d'alimentation, de conduits de gaz de pulvérisation et d'un conduit d'évacuation. Le dépôt est obtenu par plusieurs passages du substrat sous les mêmes cathodes. Le dispositif de dépôt en ligne comprend deux enceintes de dépôt et un sas d'entrée. La première enceinte est destinée au dépôt d'oxydes (ou de nitrures) dans une atmosphère réactive (oxygène ou azote) et comprend plusieurs cathodes dont les cibles sont formées de zinc et d'étain, qui sont nécessaires au dépôt du revêtement. La seconde enceinte est destinée au dépôt de métaux dans une atmosphère inerte (Ar) et comprend une cathode d'argent et une cathode de titane. Le substrat effectue plusieurs va-et-vient, sous les cathodes activées si nécessaire, afin d'obtenir la succession souhaitée de couches de revêtement. La pression dans chaque enceinte est réduite à 0,3 Pa.

25 Le produit revêtu possède la composition et les propriétés optiques suivantes:

	<u>Substrat:</u>	verre clair de 6 mm
	Couche (i)	oxyde de zinc 35 nm
	Couche (ii)	argent 9,5 nm
30	Couche (iia)	titane 3 nm
	Couche (iii)	oxyde de zinc 75 nm
	Couche (iv)	argent 13,5 nm
	Couche (iva)	titane 5,5 nm
	Couche (v)	oxyde de zinc 26 nm
35	<u>Feuille de verre unique:</u>	
	Transmission (TLC)	76%
	Facteur solaire (F_s)	43,5%
	Transmission énergétique directe (TED)	37%

	Réflexion lumineuse	7-8%
	Pureté de couleur réfléchi (normale)	6,6%
	<u>Feuille externe d'un double vitrage:</u>	
	Transmission (TLC)	67%
5	Facteur solaire (F_s)	37%
	Réflexion lumineuse	10-11%
	Longueur d'onde dominante λ_D (normale)	490 nm
	Pureté de couleur (normale)	6,3%
	Longueur d'onde dominante λ_D (45°)	490 nm
10	Pureté de couleur (45°)	4,5%

EXEMPLE 2

Dans une première variante de l'exemple 1, les couches d'oxyde de zinc sont subdivisées en sous-couches de ZnO/SnO₂/ZnO dans les proportions de 3/4 ZnO et 1/4 SnO₂. De manière à conserver la même épaisseur optique que les couches de ZnO seul de l'exemple 1, l'épaisseur géométrique totale de ces sous-couches est plus importante que celle desdites couches de ZnO seul, compte tenu de la différence entre les indices de réfraction du ZnO (environ 2,0) et du SnO₂ (environ 1,9). Les propriétés observées sont identiques, mais le revêtement résiste mieux à la corrosion.

20

EXEMPLES 3 ET 4

Dans des variantes de l'exemple 2, une couche mince (3 nm) de protection en SiO₂ est déposée sur la couche finale sans modification des propriétés optiques du substrat revêtu, tout en fournissant une durabilité chimique et/ou mécanique améliorée du substrat dans le cas des deux exemples 3 et 4; elle est en outre totalement compatible avec un film intercalaire de PVB (polyvinylbutyral) dans le cas de l'exemple 4.

25

EXEMPLES 5 A 9

Dans d'autres variantes de l'exemple 1, des revêtements de compositions indiquées au tableau A1 sont déposés sur le substrat en verre. Selon les définitions dans les revendications, les épaisseurs des couches de ZnO sont des épaisseurs optiques et celles d'argent et de titane sont des épaisseurs géométriques pour aider à la comparaison des épaisseurs optiques et géométriques, il est mentionné ici que l'indice de réfraction de ZnO est 2,0 et l'indice de réfraction de TiO₂ est environ 2,5 (épaisseur optique = épaisseur géométrique X indice de réfraction).

35

Le produit revêtu possède des propriétés optiques indiquées dans le tableau A2. On verra que les empilages de couches selon l'invention procurent

des combinaisons très efficaces de transmission lumineuse, de facteur solaire et de pureté de couleur. Peut être le plus remarquable est la faiblesse des facteurs solaires, principalement celui de l'exemple 6, aussi faible que 42%.

Tableau A1

Exemple	Couches du revêtement (nm)						
	ZnO	Ag	Ti	ZnO	Ag	Ti	ZnO
5	60	9	3	135	12	3	40
6	75	11	3	160	15	3	55
10 7	75	10	3	140	14	3	50
8	75	9,5	3	156	13,5	3	56
9	60	9,5	3	156	13,5	3	56

Tableau A2

Exemple	Vitrage simple				Vitrage double			
	TLC (%)	F _s (%)	λ _D (nm)	Pureté (%)	TLC (%)	F _s (%)	λ _D (nm)	Pureté (%)
5	74	44,7	456	5	66	37,2	460	3,6
20 6	72	42	493	12	65	34,9	494	9
7	73,5	44	493	6	66	37,3	498	3,9
8	76	46	504	6	68	37	500	4
9	74	46	496	10	66	36	498	7

REVENDICATIONS

1. Substrat portant un revêtement à haute transmission lumineuse, à faible facteur solaire et possédant un aspect neutre en réflexion, caractérisé en ce qu'il comporte une surface portant les différentes couches du revêtement dans l'ordre suivant:


- 5 (i) une première couche de matière diélectrique transparente non absorbante adjacente au substrat et possédant une épaisseur optique comprise entre 60 et 75 nm;
- (ii) une première couche d'argent ou d'alliage d'argent possédant une épaisseur géométrique comprise entre 9 et 11 nm;
- 10 (iii) une deuxième couche de matière diélectrique transparente non absorbante ayant une épaisseur optique comprise entre 135 et 170 nm;
- (iv) une seconde couche d'argent ou d'alliage d'argent ayant une épaisseur géométrique comprise entre 12 et 15 nm;
- 15 (v) une troisième couche de matière diélectrique transparente non absorbante ayant une épaisseur optique comprise entre 45 et 65 nm,
- telles que le substrat revêtu présente les propriétés suivantes;
- une transmission lumineuse sous Illuminant C supérieure à 70%;
- un facteur solaire inférieur à 47% et
- 20 une pureté de couleur en réflexion normale à la surface opposée inférieure à 12%.

2. Substrat portant un revêtement selon la revendication 1, caractérisé en ce que la nature et l'épaisseur des couches de revêtement sont telles que le substrat revêtu présente une transmission énergétique directe comprise entre 34% et 40%.

25 3. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la nature et l'épaisseur des couches de revêtement sont telles que la transmission lumineuse sous Illuminant C n'est pas inférieure à 75%.

30 4. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la nature et l'épaisseur des couches de revêtement sont telles que le facteur solaire ne dépasse pas 46%, de préférence pas 45%.

35 5. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la nature et l'épaisseur des couches de revêtement sont telles que la pureté de couleur en réflexion normale à la surface opposée ne dépasse pas 10%, de préférence pas 9%.



6. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la nature et l'épaisseur des couches de revêtement sont telles que la pureté de couleur en réflexion normale à la surface opposée est d'au moins 3%.

5 7. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la nature et l'épaisseur des couches de revêtement sont telles que le substrat revêtu présente une pureté de couleur en réflexion sous un angle de 45° sur la surface opposée qui ne dépasse pas 9%.

10 8. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que:

- (i) la première couche de matière diélectrique transparente non absorbante adjacente au substrat a une épaisseur optique comprise entre 63 et 72 nm;
- (ii) la première couche d'argent ou d'alliage d'argent a une épaisseur géométrique comprise entre 9,5 et 10,5 nm;
- 15 (iii) la deuxième couche de matière diélectrique transparente non absorbante a une épaisseur optique comprise entre 144 et 160 nm;
- (iv) la seconde couche d'argent ou d'alliage d'argent a une épaisseur géométrique comprise entre 13 et 14 nm;
- (v) la troisième couche de matière diélectrique transparente non absorbante a
- 20 une épaisseur optique comprise entre 50 et 58 nm.

9. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une couche de matière sacrificielle en contact avec le dessus de chaque couche métallique.

25 10. Substrat portant un revêtement selon la revendication 9, caractérisé en ce que ladite matière sacrificielle est du titane.

11. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 9 ou 10, caractérisé en ce que ladite matière sacrificielle est substantiellement complètement oxydée.

30 12. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 9 à 11, caractérisé en ce qu'il comprend:

- (iia) une première couche de matière sacrificielle ayant une épaisseur géométrique comprise entre 2,5 et 5 nm, disposée entre la première couche d'argent ou d'alliage d'argent et la seconde couche de matière non absorbante;
- 35 (iva) une seconde couche de matière sacrificielle ayant une épaisseur géométrique comprise entre 3 et 6 nm, disposée entre la seconde couche d'argent ou d'alliage d'argent et la troisième couche de matière non absorbante.



13. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que ladite matière non absorbante est choisie parmi l'oxyde de zinc, l'oxyde d'étain, le nitrure de silicium et leurs mélanges.

5 14. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que ladite matière non absorbante a un indice de réfraction mesuré à 550 nm compris entre 1,85 et 2,2.

15. Substrat portant un revêtement selon la revendication 14, caractérisé en ce que ladite matière non absorbante a un indice de réfraction mesuré à 550 nm compris entre 1,9 et 2,1.

10 16. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 15, caractérisé en ce qu'une ou plusieurs desdites couches de matière non absorbante sont des couches composites.

15 17. Substrat portant un revêtement selon l'une des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que la longueur d'onde dominante de la lumière réfléchie par la surface opposée est comprise entre 485 et 505 nm.

20 18. Vitrage multiple comprenant au moins deux feuilles de matière vitreuse transparente disposées de part et d'autre d'un volume gazeux intermédiaire délimité par un espaceur s'étendant périphériquement, caractérisé en ce qu'au moins une desdites feuilles porte un revêtement selon l'une des revendications 1 à 17, sur sa face dirigée vers ledit volume gazeux.

19. Vitrage multiple selon la revendication 18, caractérisé en ce que la pureté de couleur en réflexion normale à la surface opposée ne dépasse pas 8%, de préférence pas 7%.

